

НИЗКО- И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ ЦИС-5-НОРБОРНЕН- ЭНДО-2,3-ДИКАРБОНОВОГО АНГИДРИДА

А.А. Жарков

Научный руководитель – д.т.н., профессор В.Г. Бондалетов

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, a.zharkov1993@yandex.ru*

Дициклопентадиен (ДЦПД) хорошо себя зарекомендовал за последние десятки лет, благодаря своей не высокой цене, высокой реакционной способности и склонности к образованию сильно сшитых материалов [1]. Он переставляет собой белое кристаллическое твёрдое вещество с резким запахом. Растворим в диэтиловом и этиловом спирте [1].

ДЦПД используют для получения цис-5-Норборнен-эндо-2,3-дикарбонowego ангидрида (эндикового ангидрида), который в свою

очередь подходит для получения различных веществ, благодаря своей доступности и лёгкости получения, так же может использоваться в качестве отвердителя для эпоксидных смол, но только горячего отверждения [2].

Целью работы является сравнение низко и высокотемпературного способа получения цис-5-норборнен-эндо-2,3-дикарбонowego ангидрида.

Низкотемпературный способ получения эндикового ангидрида является двухстадийным.

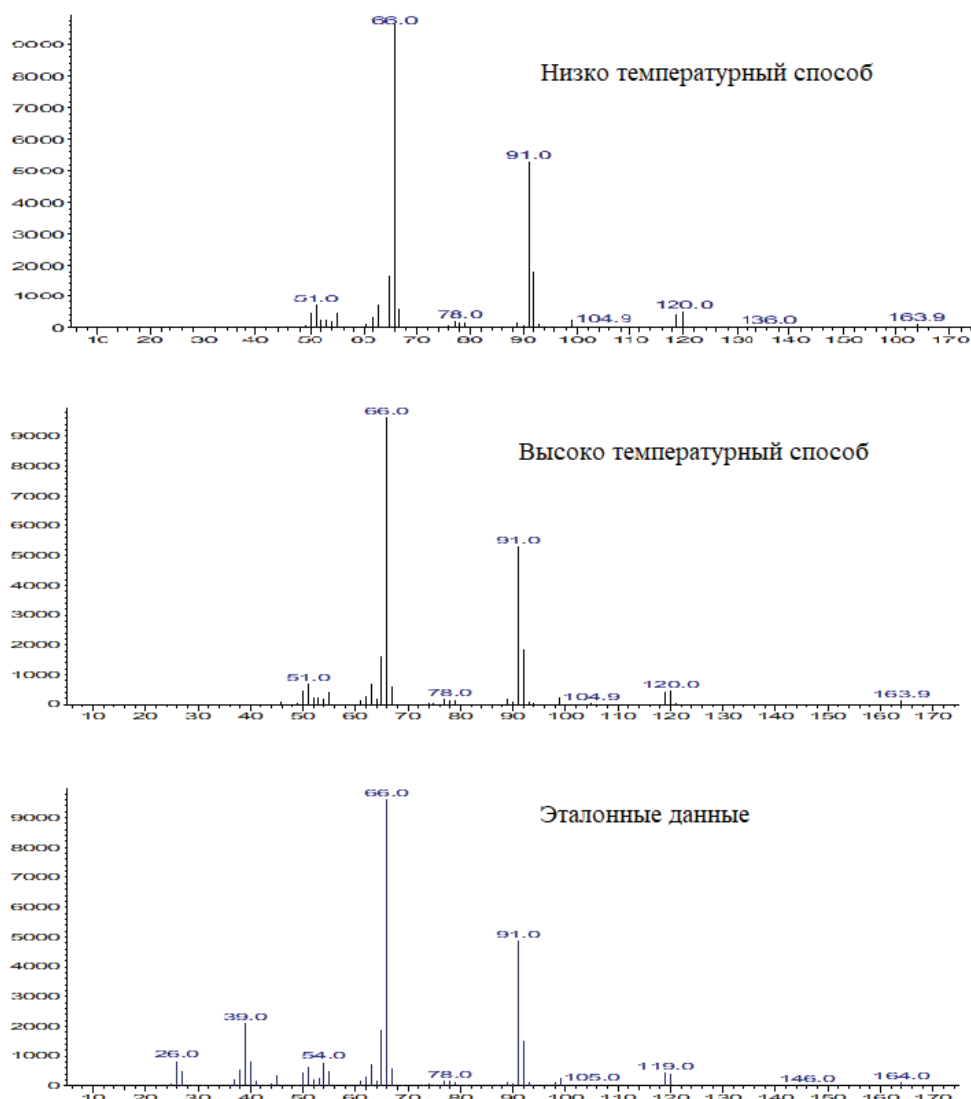


Рис. 1. Сравнение полученных данных ГХМС с эталонным образцом эндикового ангидрида

Первая стадия заключается в получение циклопентадиена (ЦПД) путём перегонки дициклопентадиена при температуре отходящих паров 41–42 °С. Вторая стадия заключается в синтезе малеинового ангидрида в среде бензола с постепенным прикапыванием циклопентадиена. В результате реакции наблюдается сильный нагрев реакционной смеси, поэтому процесс ведут при пониженных температурах. После того как необходимый объём ЦПД закончили прикапывать реакционную смесь нагревают до 70 °С и выдерживают в течение 3 часов при постоянном перемешивании. После окончания синтеза реакционную массу медленно охлаждают при комнатной температуре для выпадения белоснежных кристаллов. Полученные кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и сушат на воздухе от остатков бензола.

Высокотемпературный способ получения эндигово ангидрида проводили в герметично запаянной стеклянной ампуле. Благодаря этому отпала необходимость использования бензола, как среды для синтеза. В ампулу загружают дициклопентадиен и малеиновый ангидрид в соотношении 1 : 2 моль. Герметично запаянную ампулу погружают в масло и ведут нагрев до 190 °С. При достижении необходимой температуры

синтез ведут в течение 7 часов. После окончания синтеза ампулу с веществом охлаждают при комнатной температуре в течении 12 часов. Для увеличения чистоты полученного эндикового ангидрида проводили перекристаллизацию в бензоле.

Из рисунка 1 видно, что в независимости от способа получения в результате синтеза получается эндиковый ангидрид, что доказывается сходством с эталонным образцом.

Сравнивая два способа получения эндикового ангидрида можно сделать вывод, что для получения продукта с большим выходом подходит высокотемпературный способ, но образование смолистых побочных продуктов затрудняют выделение основного продукта, в связи, с чем необходимо проводить перекристаллизацию. Для получения более чистого продукта, не требующего очистки, подходит низкотемпературный способ, который также уменьшает временные затраты на получение продукта. Однако минусом является многостадийность процесса и использование большого количества бензола. Также к плюсам высокотемпературного синтеза можно отнести минимальное аппаратное оформление и снижение затрат на исходные вещества.

Список литературы

1. J. Rule and J. Moore // *Macromolecules*, 2002. – 35 (21). – P. 7878–7882.
2. Мошинский Л. Эпоксидные смолы и отвердители. – Тель-Авив: Аркадия пресс Лтд., 1985. – 371 с.

ГИДРОЛИТИЧЕСКАЯ СОПОЛИКОНДЕНСАЦИЯ 3-АМИНОПРОПИЛТРИЭТОКСИСИЛАНА И 3-МЕТАКРИЛОКСИПРОПИЛТРИМЕТОКСИСИЛАНА

Д.С. Зайцева, Р.И. Молодцов
Научный руководитель – к.х.н., доцент Н.С. Бредов

Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева
125047, Россия, г. Москва, пл. Миусская, 9, zaiceva1551 @yandex.ru

В последнее время наблюдается повышенный интерес к кремнийорганическим материалам. Одним из наиболее интересных классов кремнийорганических соединений являются полиэдральные олигомерные силсесквиоксаны (ОССО).

Целью нашего исследования является получение смешанного олигосилсесквиоксана, содержащего аминопропильные и метакриловые группы. Получаемый смешанный силсескви-

оксан может быть использован как самостоятельное связующее для получения стоматологических пломбировочных материалов или адгезивов, и как промежуточное соединение для синтеза связующих.

В литературе представлены некоторые методики получения амино- и метакрилатсодержащих ОССО методом гидролитической поликонденсации (ГПК) отдельно взятых мономеров 3-аминопропилтриэтоксисилана (АГМ-9)